

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 568.5—2008
代替YS/T 568.5—2006

氧化锆、氧化铪化学分析方法 钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods for zirconium oxide and hafnium oxide
-Determination of sodium content
—Flame atomic absorption spectrometric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 568《氧化锆、氧化钪化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分 氧化锆和氧化钪量的测定 苦杏仁酸重量法
- 第 2 部分 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- 第 3 部分 硅量的测定 硅钼蓝分光光度法
- 第 4 部分 铝量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法
- 第 5 部分 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 6 部分 钛量的测定 二安替吡啶甲烷分光光度法
- 第 7 部分 磷量的测定 钼盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法
- 第 8 部分 氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 9 部分 氧化钪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 10 部分 锰量的测定 高碘酸钾分光光度法
- 第 11 部分 镍量的测定 α -联吡啶甲酰二肼分光光度法

本部分为第 5 部分。

本部分代替 YS/T 568.5-2006《氧化锆、氧化钪中钠量的测定》（原 GB/T 2590.5-1981）。

本部分与 YS/T 568.5-2006 相比主要如下：

——增加了“7.1 重复性”条款。

——增加了“8 质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分主要起草人：李满芝、刘英、臧慕文

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 2590.5-1981、YS/T 568.5-2006

氧化锆、氧化钪化学分析方法

钠含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了氧化锆及氧化钪中钠含量的测定方法。

本部分适用于氧化锆及氧化钪中钠含量的测定。测定范围：0.01%~1%。

2 方法提要

试料以硫酸、硫酸铵溶解，可不加消电离剂，于波长 589.0nm，以空气—乙炔火焰原子吸收光谱测定。钠质量分数小于 0.1% 的试样用标准加入法；钠质量分数大于 0.1% 的试样则使用标准曲线法。

3 试剂

3.1 硫酸(ρ 1.84g/mL)，优级纯。

3.2 硫酸铵，优级纯。

3.3 钠标准贮存溶液：称取 2.5421g 氯化钠(已在 400℃~450℃灼烧到无爆烈声)，溶于水，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 1.00mg 钠。

3.4 钠标准溶液：移取 25.00mL 溶液(3.3)，置于 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 钠。

3.5 钠标准溶液：移取 25.00mL 溶液(3.4)，置于 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 10 μ g 钠。

4 仪器和设备

原子吸收光谱仪

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.0001g。

表 1

钠的质量分数 w/%	试料量 m/g	硫酸(3.1) V/mL	硫酸铵(3.2) m/g
0.01~0.05	0.50	5	3
>0.05~0.1	0.10	3	2
>0.1~0.6	0.10	3	2
>0.6~1.0	0.10	3	2

5.2 测定次数

独立的进行两次测定，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 标准加入法(适于钠质量分数 0.01%~0.1%的试样分析):

将试料(5.1)置于 100mL 干烧杯中,按表 1 加入一定量的硫酸(3.1)和硫酸铵(3.2),盖上表皿,在电炉上加热至试料完全溶解。冷却,用水吹洗表皿及杯壁并稀释至约 25 或 50mL,混匀,冷却,用水移入 50 或 100mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。移取试液 3 份,分别置于 3 个 100mL 容量瓶中,分取量应使最终溶液中钠的质量浓度约为 0.2μg/mL。于其中二个容量瓶中,分别加入 2.00mL、4.00mL 钠标准溶液(3.5),用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收光谱仪上,用波长 589.0nm,以空气—乙炔火焰,测其吸光度。用作图外延法分别求出分取试料溶液和空白溶液中的钠量。

5.4.2 标准曲线法(适于钠质量分数 0.1%~1%的试样分析):

将试料(5.1),置于 100mL 干烧杯中,按表 1 加入 3mL 硫酸(3.1)和 2 克硫酸铵(3.2),盖上表皿,在电炉上加热至试料完全溶解。冷却,用水吹洗表皿及杯壁并稀释至约 50mL,混匀。冷却,用水移入 100mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。移取部分溶液于另一个 100mL 容量瓶中,使钠质量浓度在 0.2~1.0μg/mL 范围内,用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收光谱仪上,用 589.0nm,以空气—乙炔火焰,测其吸光度。

5.5 工作曲线的绘制:

从空白试液中分取部分溶液(与试料溶液分取量相同),置于 6 个 100mL 容量瓶中,分别加入 0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00mL 钠标准溶液(3.5),用水稀释至刻度,摇匀,与试料同时测其吸光度,绘制工作曲线

6 分析结果的计算

按式(1)计算钠的质量分数(%):

$$w(\text{Na}) = \frac{V \cdot (m_1 - m_2)}{m_0 \cdot V_1} \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
- m_1 ——从工作曲线上查得的试料含钠质量, g;
 - m_2 ——从工作曲线上查得的空白试液含钠质量, g;
 - m_0 ——试料的质量, g。
 - V ——试液定容体积, mL。
 - V_1 ——试液分取体积, mL。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2

钠质量分数 w / %	重复性限 r / %
0.010	
1.00	
注: 重复性限(r)为 2.8×Sr, Sr 为重复性标准差。	

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差

表 3

钠质量分数% $w / \%$	允许差% $\Delta / \%$
0.010~0.050	0.004
>0.050~0.100	0.008
>0.100~0.600	0.030
>0.60~1.00	0.060

8 质量保证与控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品，每六个月校核一次本部分的有效性。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。